

第2章 調査試験

アルコール検査用試薬の同等性試験

1. 目的

道内において原料乳のアルコール検査に用いる試薬は、北海道酪農検査所による検討を経て¹⁾昭和50年から、変性アルコールの一つであるソルミックス H-11（日本アルコール販売株式会社）が使われている。しかし、ソルミック H-11 は、有機溶剤中毒予防規則の対象であり人体への有害性の高い物質であるメタノールを含有しており、使用ならびに保管に当たっては法規に従った適正な管理が義務付けられている。そこで、検査員の安全面への考慮ならびに管理面における負担軽減のため、より有害性の低い物質からなる代替アルコールの検討を行い、さらに検査結果の同等性について検証を行ったので報告する。

2. 方法

(1) 供試した変性アルコールの含有成分ならびに適用法令の比較

現在道内において使用しているソルミックス H-11（以下 H-11 という）および、代替候補としてソルミックス HP-7（以下 HP-7 という）ならびにエスミール MK-70（以下 MK-70 という）の3種類の変性アルコールを試験に供した。これらの変性アルコールの含有成分と適用法令を表1ならびに表2に示した。

表1 変性アルコールの含有成分の比較

含有成分	ソルミックスH-11		ソルミックスHP-7		エスミールMK-70	
	含有量	適用法令	含有量	適用法令	含有量	適用法令
	wt%		wt%		wt%	
エタノール	79.3	安	79.3	安	62.5	安
メタノール	13.3	安,安特,有				
イソプロピルアルコール	1.1	安,安特	<5.0	安,安特		
ノルマルプロピルアルコール	-		9.5	安		
水	6.3		<6.3		37.4	
その他					0.1	

食品素材

表2 変性アルコールに適用される法令および該当成分

法令略語	法令と主な遵守義務	該当成分	該当含有率
安	労働安全衛生法 (名称の通知)	エタノール ノルマルプロピルアルコール (プロピルアルコール)	0.1%以上 0.1%以上
安特	労働安全衛生法特別規則 (名称の表示)	メタノール イソプロピルアルコール	0.3%以上 1%以上
有	有機溶剤中毒予防規則 (特殊健康診断、作業環境測定)	メタノール イソプロピルアルコール	5%以上 5%以上
消	消防法(危険物第4類アルコール類)	いずれも該当	

(2) アルコール濃度ならびに pH の調製

生乳取扱技術必携の「アルコール検査」²⁾に記載されている方法に従い、アルコール濃度ならびに pH の調製を行った。アルコール濃度の調製は酒精計を用いて行った。MK-70 の製品仕様はアルコール濃度 70%であるが、酒精計においても 70%濃度を示したので調製不要であった。

pH 調製用として、変性アルコール 20kg に対し、メチルレッドおよびブロームクレゾールブルーをそれぞれ 0.05g 添加した。pH 調整前の色調はいずれも赤色であり酸性側を示したため、溶液の色が黄色（中性）になるまで 1N NaOH を添加して pH 調整を行った。H-11 および HP-7 については、いずれもアルコール 2L に対し、1N NaOH 添加量は約 50 μ L であったが、MK-70 については約 850 μ L の添加が必要であった。

(3) アルコール検査の実施手順

- 1) アルコール検査用金属製ディッパー（容量 1.0～1.5ml 程度のもの）で規定のアルコール液をガラス製シャーレ（内径 4.5～5.0cm、深さ 1.5cm 程度のもの）に取り、ついで均等に攪拌された生乳を生乳用ディッパーで等量をその中に注加する。
- 2) シャーレを揺り動かし、注加後 5 秒以内に両液全体が完全に混和を終了させる。
- 3) 混和直後の凝固の有無を判定する。

(4) アルコール凝固反応の比較試験

3 種類の路線乳コンポジット試料に、4.0%塩化カルシウム溶液を段階的に 0.4～1ml 添加することで擬似的にアルコール不安定乳を調製し、H-11、HP-7 ならびに MK-70 による凝固反応を比較した。

(5) フィールド生乳におけるアルコール検査の比較試験

個乳 20 試料ならびに、個体乳 100 試料を用い、H-11、HP-7 ならびに MK-70 によるアルコール検査の比較試験を行った。

(6) HP-7 の pH がアルコール凝固反応に及ぼす影響

メチルレッドおよびブロームクレゾールブルーを添加した後、アルコール濃度 70%に調製した HP-7 について、pH 調製を行ったものと無調製のものを用いて、pH の違いがアルコール凝固反応に及ぼす影響について検討した。2 種類の路線乳コンポジット試料に、6.0%塩化カルシウム溶液を段階的に 0.3～1ml 添加することでアルコール不安定乳を調製し、アルコール検査における凝固反応の比較を行った。

3. 結果および考察

(1) アルコール凝固反応の比較試験

H-11、HP-7 ならびに MK-70 によるアルコール凝固反応の試験結果を表 3 に示した。

H-11 と HP-7 の一致率は 76%、H-11 と MK-70 の一致率は 81%であった。不一致の結果についてはいずれも、HP-7 および MK-70 は H-11 よりも強反応を示した。また、不一致については 3 段階評価 (-、±、+) において、全て 1 段階以内の差であった。

表3 CaCl添加 アルコール不安定乳の試験結果

H-11 vs HP-7

		H-11			
		-	±	+	計
HP-7	-	11	0		11
	±	6	9		15
	+	0	3	8	11
	計	17	12	8	37

H-11 vs エスミールMK-70

		H-11			
		-	±	+	計
MK-70	-	12	0		12
	±	5	10		15
	+	0	2	8	10
	計	17	12	8	37

区分	反応の強弱 HP7/H11	個数	率	
一致		28	75.7	
不一致	反応弱	0	0.0	H(+), HP(-, ±)
		0		H(±), HP(-)
	反応強	3	24.3	H(±), HP(+)
		6		H(-), HP(±,+)
合計		37	100.0	

区分	反応の強弱 MK70/H11	個数	率	
一致		30	81.1	
不一致	反応弱	0	0.0	H(+), MK(-, ±)
		0		H(±), MK(-)
	反応強	2	18.9	H(±), MK(+)
		5		H(-), MK(±,+)
合計		37	100.0	

(2) フィールド生乳におけるアルコール検査の比較試験

個乳 20 試料ならびに、個体乳 100 試料を用いた H-11、HP-7 ならびに MK-70 による凝固反応の試験結果を表 4 に示した。

個乳 20 試料は、いずれの変性アルコールでも凝固反応は認められず (- 判定) 100% の一致率であった。

個体乳試料における H-11 と HP-7 の一致率は 89%、H-11 と MK-70 の一致率は 90% であった。不一致の結果については MK-70 の一検体を除き、いずれも HP-7 および MK-70 は H-11 よりも強反応を示した。また、不一致については 3 段階評価 (-、±、+) において、全て 1 段階以内の差であった。

以上のとおり、HP-7 ならびに MK70 は H-11 の結果と一致率は高く、不一致検体についても H-11 よりも強反応を示したことから、現行よりも判定が緩和されることはなく、アルコール検査用に適用可能であると考えられる。

表4 フィールド生乳によるアルコール試験結果

(1) 個乳試料

H-11 vs HP-7

		H-11			
		-	±	+	計
HP-7	-	20	0	0	20
	±	0	0	0	0
	+	0	0	0	0
	計	20	0	0	20
一致率		100.0			
区分	反応の強弱 HP7/H11	個数	率		
一致		20	100.0		
不一致	反応弱	0	0.0		
		0	H(+), HP(-, ±)		
		0	H(±), HP(-)		
	反応強	0	H(±), HP(+)		
	0	H(-), HP(±, +)			
合計		20	100.0		

H-11 vs エスマールMK-70

		H-11			
		-	±	+	計
MK-70	-	20	0	0	20
	±	0	0	0	0
	+	0	0	0	0
	計	20	0	0	20
一致率		100.0			
区分	反応の強弱 MK70/H11	個数	率		
一致		20	100.0		
不一致	反応弱	0	0.0		
		0	H(+), MK(-, ±)		
		0	H(±), MK(-)		
	反応強	0	H(±), MK(+)		
	0	H(-), MK(±, +)			
合計		20	100.0		

(2) 個体乳試料

H-11 vs HP-7

		H-11			
		-	±	+	計
HP-7	-	73	0	0	73
	±	8	4	0	12
	+	1	2	12	15
	計	82	6	12	100
一致率		89.0			
区分	反応の強弱 HP7/H11	個数	率		
一致		89	89.0		
不一致	反応弱	0	0.0		
		0	H(+), HP(-, ±)		
		2	H(±), HP(+)		
	反応強	9	11.0		
			H(-), HP(±, +)		
合計		100	100.0		

H-11 vs エスマールMK-70

		H-11			
		-	±	+	計
MK-70	-	75	0	0	75
	±	7	4	1	12
	+	0	2	11	13
	計	82	6	12	100
一致率		90.0			
区分	反応の強弱 MK70/H11	個数	率		
一致		90	90.0		
不一致	反応弱	1	1.0		
		0	H(+), MK(-, ±)		
		2	H(±), MK(-)		
	反応強	7	9.0		
			H(±), MK(+)		
			H(-), MK(±, +)		
合計		100	100.0		

(3) HP-7 の pH がアルコール凝固反応に及ぼす影響

pH 調整を行ったアルコール溶液の pH は 7.4 であり、一方、無調製のものについては pH が 6.2 であった。両溶液のアルコール凝固反応については表 5 に示したが、反応に差異は認められなかった。

表5 pHの違いによるアルコール凝固反応

pH調製 溶液色 6.0% CaCl添加量	調製: pH7.4	無調製: pH6.2
	黄色	赤
0.300	-	-
0.325	-	-
0.350	±	±
0.375	±	±
0.400	±	±
0.450	±	±
0.500	+	+
0.600	+	+
1.000	+	+

4 . 参考資料

- 1) 酪農検査 50 年 章 10, 北海道酪農検査所, P.120, 1979
- 2) 生乳検査取扱技術必携 (平成 24 年 10 月改訂版) 第 章 第 4 節, 北海道酪農検定検査協会, 2012

(小坂英次郎、仁藤百合子)